



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



Veröffentlichungsnummer: **0 628 330 A1**

12

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: 94107986.5

51 Int. Cl.<sup>5</sup>: B01D 1/00, B01D 3/08

22 Anmeldetag: 24.05.94

30 Priorität: 11.06.93 DE 4319498

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
14.12.94 Patentblatt 94/50

84 Benannte Vertragsstaaten:  
AT CH DE ES FR GB IT LI NL

71 Anmelder: LAUTENSCHLÄGER, Werner  
Waldstrasse 15  
D-88299 Leutkirch (DE)

72 Erfinder: LAUTENSCHLÄGER, Werner  
Waldstrasse 15  
D-88299 Leutkirch (DE)

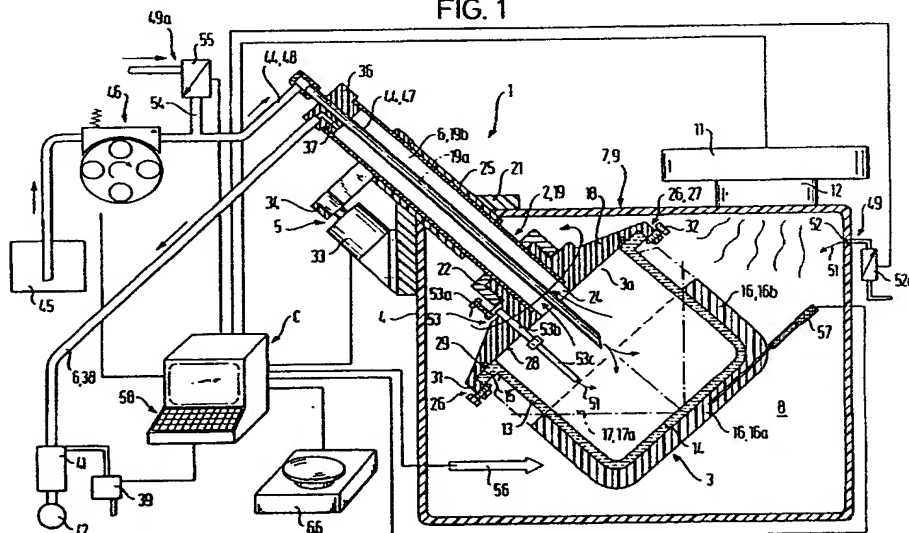
74 Vertreter: Schmidt-Evers, Jürgen, Dipl.-Ing. et  
al  
Patentanwälte Mitscherlich & Partner,  
Sonnenstrasse 33  
D-80331 München (DE)

54 Rotationsverdampfer.

57 Bei einem Rotationsverdampfer (1), bestehend aus einem Gefäß (3) mit einer Öffnung in seinem oberen Bereich, einem Halter (2) für das Gefäß (3), an dem es gehalten ist, einem Ständer (4) mit einem Drehlager, in dem der Halter (2) um eine von der Vertikalen abweichende Drehachse (19a) drehbar gelagert ist, einem Drehantrieb (5) für den Halter (2), einer Abführungsleitung (6) zum Abführen von Dampf aus dem Gefäß (3), und einem Heizgerät

zum Erhitzen eines im Gefäß (3) vorhandenen Verdampfungsstoffes (17), ist das Heizgerät ein Mikrowellenheizgerät (7) mit einer Heizkammer (8), die durch eine Tür zugänglich ist, wobei sich der Halter (2) von außen nach innen durch die Wand der Heizkammer (8) in diese hinein erstreckt, und der Drehantrieb (5) außerhalb der Heizkammer (8) angeordnet ist.

FIG. 1



EP 0 628 330 A1

te Aufheizung erfolgen, nämlich dadurch, daß das Gefäß wenigstens teilweise insbesondere in seinem Aufnahmebereich aus einem mikrowellenabsorbierenden Material besteht oder mit einem solchen Material in Kontakt steht, z.B. in Form einer Innen- oder Außenhülle oder eines Bodenaufagers. In diesem Bereich kann die erzeugte Hitze mit geringem Wärmeverlust und am schnellsten auf den sich im unteren Bereich des Gefäßes sammelnden Verdampfungsstoff übertragen werden, bei dem es sich vorzugsweise um einen flüssigen Verdampfungsstoff handelt.

Wie bereits erwähnt, wirkt sich eine möglichst große, durch die Rotation des Gefäßes erreichte Benetzungsfläche günstig auf die Verdampfung aus. Es ist deshalb vorteilhaft, ein Gefäß zu benutzen, dessen Form von einer Kugel- oder Teilkugelform abweicht, da eine Kugelform zu einer verhältnismäßig kleinen Umfangsfläche führt. Es ist deshalb vorteilhaft, ein hohlzylindrisches Gefäß zu benutzen, dessen Boden eben oder gewölbt sein kann.

Diese Gefäßform führt auch zu einer großen Öffnung des Gefäßes, so daß dessen Befüllung und/oder Entnahme mit dem oder den Stoffen handhabungsfreundlich und schnell erfolgen kann.

Es ist im weiteren vorteilhaft, den Rotationsverdampfer mit einer kontinuierlich funktionierenden Zuführungsvorrichtung für den Behandlungsstoff bzw. ein Probenmaterial und/oder ein Reagenzmittel zu versehen. Auf diese Weise ist es möglich, ein kleines Gefäß zu benutzen und große Stoffmengen zu verarbeiten. Kleine Gefäße sind weniger implosionsgefährdet und werden deshalb bevorzugt benutzt.

Außerdem werden hierdurch Kosten gespart, da sowohl das Gefäß als auch der Rotationsverdampfer insgesamt kleiner ausgestaltet werden können.

Das Gefäß besteht vorzugsweise aus einem korrosions- und hitzebeständigen Material, wie z.B. Glas, Quarz oder Kunststoff, wobei sich hierzu PTFE, PFA, PP, PC und dgl. eignen. Wenn das Gefäß und ein es ggf. umgebender Mantel aus transparentem Material bestehen, ist eine visuelle Beobachtung der Verdampfung, z.B. eine visuelle Feststellung des Verdampfungsendzeitpunktes, leicht und praktisch möglich, z.B. durch ein Fenster oder eine durchsichtige Tür des Gehäuses der Heizkammer.

Angeichts der Gefahr einer Implosion ist es vorteilhaft, das Gefäß aus einem möglichst nicht splitternden Material zu fertigen.

Es kann auch je nach Art der Verdampfung vorteilhaft sein, die Abführung des Dampfes mit einem Transportgas, bei dem es sich z.B. um Umgebungsluft oder auch um ein Inertgas handeln kann, zu unterstützen. Ein solches Transportgas

kann sowohl separat als auch durch eine gegebenenfalls vorhandene Zuführungsleitung für den Verdampfungsstoff eingeführt werden, wobei eine kleine Menge Transportgas permanent gespeist werden kann (Einstellung über Gasfluß, Meß- und Regelung). Durch ein elektrisch steuerbares Ventil, z.B. vorzugsweise in einer Öffnung des Gehäuses der Heizkammer, kann eine gegebenenfalls zusätzliche Gasströmung zugeschaltet werden bzw. der vorhandene Unterdruck abgebaut werden, um z.B. die Heizkammer mit geringer Wartezeit öffnen zu können. Diese Maßnahmen ermöglichen auch eine Innen- und Außenkühlung des Gefäßes und des Halters.

Im Rahmen der Erfindung ist es auch möglich, die jeweils vorhandene Temperatur im oder am Gefäß zu messen und dieses Meßergebnis für eine Leistungsregelung oder Abschaltung der Mikrowellenbestrahlung mittels einer entsprechenden Regelungs- oder Steuereinrichtung zu verwenden.

Nachfolgend werden die Erfindung und weitere durch sie erzielbare Vorteile anhand einer Zeichnung und mehreren Ausführungsbeispielen erläutert. Es zeigt:

Fig. 1 einen erfindungsgemäßen Rotationsverdampfer in der Vorderansicht und in schematischer Darstellung;

Fig. 2 bis 4 abgewandelte Ausgestaltungen des Rotationsverdampfers.

Die Hauptteile des Rotationsverdampfers 1 sind ein sich vorzugsweise im Sinne eines geraden Armes erstreckender Halter 2 zum Halten eines topfförmigen Gefäßes 3 für einen zu verdampfenden Stoff, ein Ständer 4, an dem der Halter 2 um seine Längsachse drehbar gelagert ist, ein Drehantrieb 5 zum Drehen des Halters 2 um seine Längsachse im Sinne einer kontinuierlichen Drehung oder einer Hin- und Her/Drehung, eine Abführungsleitung 6 zum Abführen von Dampf aus dem Gefäß 3 und ein Mikrowellenheizgerät 7 zum Erhitzen des Verdampfungsstoffes im Gefäß 3.

Das Mikrowellenheizgerät 7 weist einen Heizraum 8 auf, der allseitig von einem beim vorliegenden Ausführungsbeispiel quaderförmigen Gehäuse 9 umgeben ist, dem an seiner Frontseite eine Tür (nicht dargestellt) zum wahlweisen Öffnen und Schließen zugeordnet ist. Das Heizgerät 7 umfaßt ferner einen Mikrowellengenerator 11, der nach Einschaltung durch eine Einkopplungsvorrichtung 12 Mikrowellen in den Heizraum 8 einzukoppeln vermag.

Das Gefäß 3 ist beim Ausführungsbeispiel nach Fig. 1 topfförmig ausgebildet mit einer hohlzylindrischen Umfangswand 13, einem ebenen Boden 14 und einem am oberen Rand der Umfangswand 13 nach außen ragenden Randflansch 15. Das Gefäß 3 besteht beim vorliegenden Ausführungsbeispiel aus

Der Verdampfungsstoff 17 kann für einen Verdampfungs Vorgang im vom Rotationsverdampfer 1 entfernten Zustand des Gefäßes 3 in dieses eingefüllt werden, wonach das Gefäß in den Halter 2 einzusetzen bzw. einzuhängen ist. Für eine solche Benutzung eignet sich ein Gefäß 3 mit einer großen Öffnung 3a, insbesondere ein hohlzylindrisches Gefäß 3. Dabei bedarf es bei großen Verdampfungsstoffmengen eines großen Gefäßes 3. Wegen des beim Absaugen des Dampfes senkenden Unterdruckes besteht insbesondere bei großen Gefäßen 3 die Gefahr einer Implosion. Deshalb ist man wegen dieser Gefahr und auch aus Gründen kleiner, kostengünstiger und handhabungsfreundlicher Bauweise bestrebt, ein kleines Gefäß 3 zu haben.

Dies läßt sich auch bei großen Verdampfungsstoffmengen dann verwirklichen, wenn im Rotationsverdampfer 1 bzw. dein Gefäß 3 eine Zuführungseinrichtung für eine Zuführung des Verdampfungsstoffes 17 oder eines Reagenzmittels während des Verdampfungs Vorgangs zugeordnet ist, wobei es sich um eine kontinuierliche oder diskontinuierliche Zuführung handeln kann. Beim vorliegenden Ausführungsbeispiel ist eine Zuführungsleitung 44 vorhanden, die sich von einem Vorratsbehälter 45 zu einer Pumpe 46 und dann vorzugsweise koaxial durch die hohle Lagerwelle 19 in das Gefäß 3 erstreckt. Im Bereich der hohlen Lagerwelle 19 wird die Zuführungsleitung 44 durch ein dünnes Rohr 47 gebildet, das den Stopfen 36 dicht durchsetzt und sich koaxial durch die Lagerwelle 19 vorzugsweise bis in den mittleren Bereich des Gefäßes 3 erstreckt. Zwischen dem Vorratsbehälter 45 und dem den Stopfen 36 nach außen überragenden geraden Rohr 47 weist die Zuführungsleitung 44 ein Rohr oder einen Schlauch 48 auf, der mit dem äußeren Ende des Rohrs 47 dicht verbunden ist.

Zur Verbesserung der Dampfabsaugung ist dem Rotationsverdampfer 1 eine Gas-Spüleinrichtung 49 zugeordnet, mit der ein Spül- oder Transportgas 51 in das Gefäß 3 einführbar ist und eine zuverlässige Absaugung des Dampfes aus dem Gefäß 3 dadurch ermöglicht, daß das Transportgas 51 in das Gefäß 3 strömt und den Dampf durch die Abführungsleitung 6 transportiert.

Es ist möglich, das Transportgas aus der Umgebung des Rotationsverdampfers 1 bzw. Gehäuses 9 zu entnehmen, wobei es sich dann um Raumluft handelt. Hierzu wird eine in ihrer Größe vorzugsweise steuerbare Durchgangsöffnung 52 im Gehäuse 9 vorgesehen, durch die Raumluft in die Heizkammer 8 strömen kann, und es ist eine zweite Durchgangsöffnung 53 vorzugsweise ebenfalls steuerbarer Querschnittsgröße im Deckel 18 vorgesehen. Durch diese Durchgangsöffnungen 52, 53 kann beim Absaugen des Gefäßes 3 die Transportluft in das Gefäß 3 gesaugt werden. Vorzugsweise

ist der Öffnung 52 ein Ventil 52a verstellbarer Durchflußmenge und der Öffnung 53 eine Einstellschraube 53a zugeordnet. Zwecks Zuführung des Transportgases 51 in den unteren Bereich des Gefäßes 3 kann ein achsparalleler Durchführungs kanal 53b durch ein Rohr oder Schlauch 53c bis in den mittleren Bereich des Gefäßes 3 verlängert sein.

Eine andere Möglichkeit zur Zuführung von Transportgas 51 besteht darin, es durch die Zuführungsleitung 44 in das Gefäß 3 einzuführen, wodurch die Durchgangsöffnungen 52, 53 entfallen können. Beim vorliegenden Ausführungsbeispiel ist auch eine solche Gas-Spüleinrichtung 49a alternativ oder zusätzlich vorhanden. Sie umfaßt eine Zuführungsleitung 54, die vorzugsweise in Strömungsrichtung nach der Pumpe 46 in die Zuführungsleitung 44 mündet, hier in den Schlauch 48. In der Zuführungsleitung 54 ist ein verstellbares Durchfluß-Regelventil 55 angeordnet. Die Zuführungsleitung 54 kann von der Umgebung ausgehen oder von einem Vorratsbehälter für Inertgas, wodurch Explosionsschutz in der Heizkammer 3 gewährleistet ist. Bei dieser Ausgestaltung wird das Transportgas 51 mit dem Verdampfungsstoff bzw. unter der Wirkung des im Gefäß 3 vorhandenen Unterdruckes durch die Zuführungsleitung 44 in das Gefäß 3 eingeführt.

Es ist auch möglich, das Ventil 52a an eine Inertgas-Quelle anzuschließen.

Beide vorherbeschriebenen Gas-Spüleinrichtungen 49, 49a ermöglichen auch eine Kühlung des Gefäßes 3, sofern kaltes Transportgas 51 zugeführt wird. Dabei ermöglicht die Gas-Spüleinrichtung 49 eine Außen- und Innenkühlung des Gefäßes 3 und Deckels 18, während die Gas-Spüleinrichtung 49a nur eine Innenkühlung herbeiführt.

Dem Gefäß 3 ist außerdem wenigstens ein Temperatursensor 56 zugeordnet, mit dem ein die Temperatur im oder am Gefäß 3 entsprechendes Signal erzeugt werden kann, das zur Abschaltung oder zur Steuerung der Heizleistung des Mikrowellenheizgerätes 7 derart dienen kann, daß eine bestimmte Temperatur im Gefäß 3 geregelt werden kann, nämlich dadurch, daß bei einer Temperatur (Istwert) unterhalb eines bestimmten Sollwertes die Heizleistung erhöht wird und beim Erreichen des Sollwertes so vermindert wird, daß die Solltemperatur im wesentlichen eingehalten wird.

Bei dem Temperatursensor 56 kann es sich um einen Infrarot-Sensor handeln.

In Fig. 1 ist alternativ oder zusätzlich ein zweiter Temperatursensor 57 dargestellt, der sich in den Bodenabschnitt 16a der Umhüllung 16 erstreckt und dort die Ist-Temperatur ermittelt.

Dem Rotationsverdampfer 1 ist eine zentrale Steuereinrichtung 57 zugeordnet, die vorzugsweise einen Prozessor aufweist, mit der die zugehörigen Funktionsaggregate nicht nur ein- und ausgeschal-

bunden ist, um eine Gewichtsanzeige auf einem der Steuereinrichtung zugehörigen Bildschirm anzuzeigen, auf dem auch andere Funktionsangaben abgebildet werden können.

#### Patentansprüche

1. Rotationsverdampfer (1), bestehend aus
  - einem Gefäß (3) mit einer Öffnung (3a) in seinem oberen Bereich,
  - einem Halter (2) für das Gefäß (3), an dem es gehalten ist,
  - einem Ständer (4) mit einem Drehlager, in dem der Halter (2) um eine von der Vertikalen abweichende Drehachse (19a) drehbar gelagert ist,
  - einem Drehantrieb (5) für den Halter (2),
  - einer Abführungsleitung (6) zum Abführen von Dampf aus dem Gefäß (3), und
  - einem Heizgerät zum Erhitzen eines Verdampfungsstoffes (17) im Gefäß (3),

*dadurch gekennzeichnet, daß*

das Heizgerät ein Mikrowellenheizgerät (7) mit einer Heizkammer (8) ist, die durch eine Tür zugänglich ist, daß sich der Halter (2) von außen nach innen durch die Wand der Heizkammer (8) in diese hinein erstreckt, und daß der Drehantrieb (5) außerhalb der Heizkammer (8) angeordnet ist.

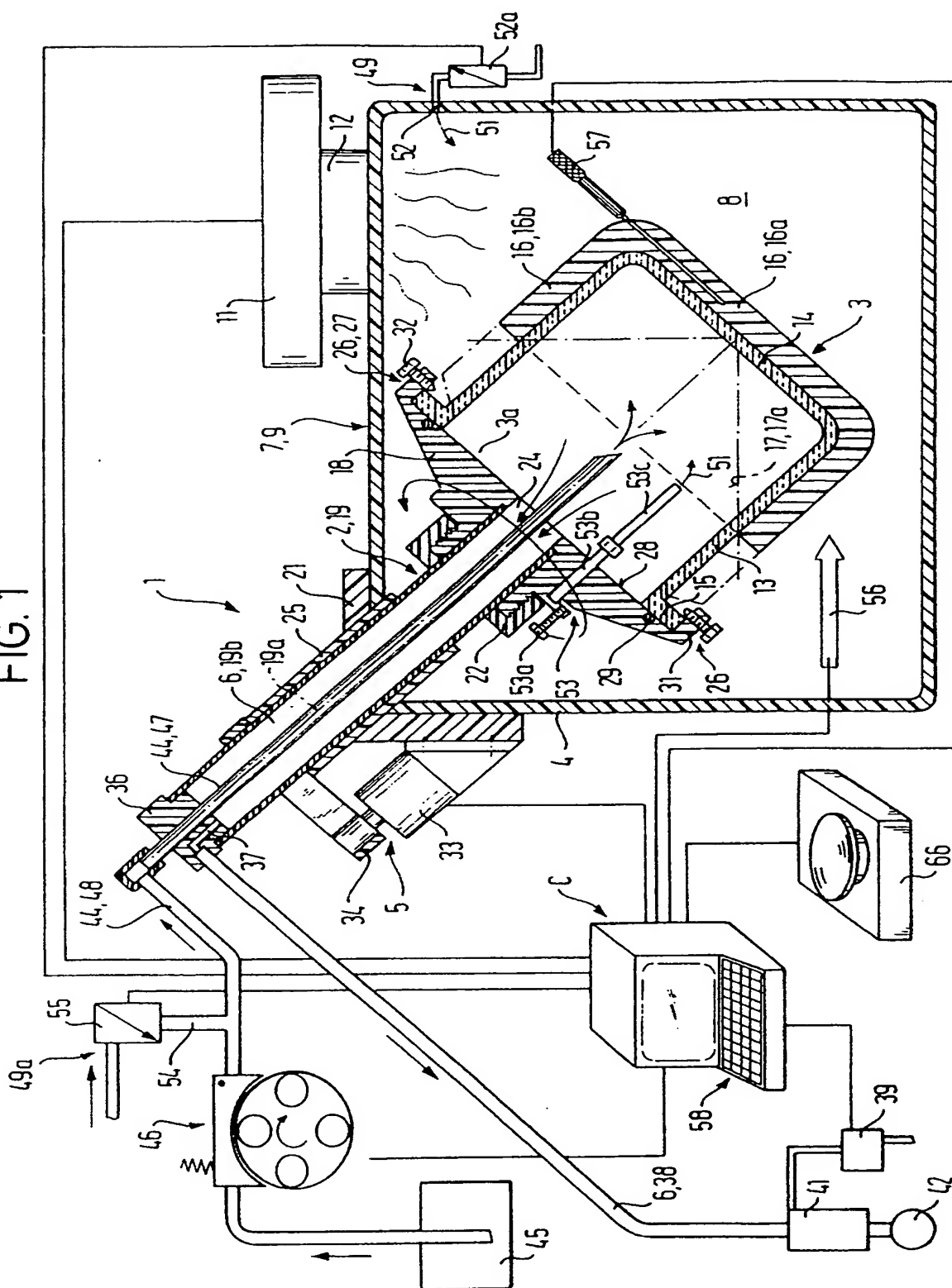
2. Rotationsverdampfer nach Anspruch 1, *dadurch gekennzeichnet, daß* das Gefäß (3) eine achsparallele, vorzugsweise hohlzylindrische Umfangswand (13) aufweist.
3. Rotationsverdampfer nach Anspruch 1 oder 2, *dadurch gekennzeichnet, daß* die Öffnung (3a) des Gefäßes (3) durch die Umfangswand (13) begrenzt ist.
4. Rotationsverdampfer nach einem der vorherigen Ansprüche, *dadurch gekennzeichnet, daß* der Boden (14) des Gefäßes (3) eben oder gewölbt, vorzugsweise halbkugelförmig gewölbt ist.
5. Rotationsverdampfer nach einem der vorherigen Ansprüche, *dadurch gekennzeichnet, daß* das Gefäß aus mikrowellendurchlässigem Material oder wenigstens in seinem unteren Bereich aus mikrowellenabsorbierendem Material besteht.
6. Rotationsverdampfer nach einem der vorherigen Ansprüche,

*dadurch gekennzeichnet, daß*

das Gefäß (3) wenigstens in seinem unteren Bereich eine Innen- oder vorzugsweise Außenhülle (16, 16c) aus mikrowellenabsorbierendem Material aufweist.

7. Rotationsverdampfer nach einem der vorherigen Ansprüche, *dadurch gekennzeichnet, daß* der Halter (2) die Wand der Heizkammer (8) von außen nach innen schräg nach unten durchsetzt, vorzugsweise mit einem mit der Horizontalen einschließenden Winkel von etwa 30 bis 60°, insbesondere etwa 45°.
8. Rotationsverdampfer nach einem der vorherigen Ansprüche, *dadurch gekennzeichnet, daß* der Halter (2) durch eine Hohlwelle (19) gebildet ist und die Abführungsleitung (6) sich durch die Hohlwelle erstreckt.
9. Rotationsverdampfer nach einem der vorherigen Ansprüche, *dadurch gekennzeichnet, daß* die Abführungsleitung (6) außerhalb der Heizkammer (8) mit einer Saugpumpe (46) und vorzugsweise auch mit einem Kondensator 41 oder Kühler und einem Sammelgefäß (42) für Kondensat verbunden ist.
10. Rotationsverdampfer nach einem der vorherigen Ansprüche, *dadurch gekennzeichnet, daß* das Gefäß (3) durch eine Verbindungsvorrichtung und Anschlußvorrichtung lösbar mit dem Halter (2) verbunden ist.
11. Rotationsverdampfer nach einem der vorherigen Ansprüche, *dadurch gekennzeichnet, daß* der Halter (2) an seinem inneren Ende einen Deckel (18), insbesondere einen Schraub- oder Flachdeckel für das Gefäß (3) aufweist.
12. Rotationsverdampfer nach einem der vorherigen Ansprüche, *dadurch gekennzeichnet, daß* das Gefäß (3) an seinem oberen Rand einen radial nach außen abstehenden Randflansch (15) aufweist.
13. Rotationsverdampfer nach einem der vorherigen Ansprüche, *dadurch gekennzeichnet, daß* der Deckel (18) an seiner dem Gefäß (3) zugewandten Seite einen hinterschnittenen Kragen aufweist, in dessen Hinterschneidung das Ge-

FIG. 1





Europäisches  
Patentamt

## EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung  
EP 94 10 7986

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.5)
A	WO-A-92 09351 (MLS GMBH) * Ansprüche 1-10; Abbildungen 1,2 *	1-6, 17, 18	B01D1/00 B01D3/08
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 9, no. 283 (C-313) (2006) 9. November 1985 & JP-A-60 129 101 (NIPPON SHINKU GIJUTSU) 10. Juli 1985 * Zusammenfassung *	1	
A	DE-A-26 00 298 (HEIDOLPH-ELEKTRO KG) * Anspruch 1; Abbildung 1 *	1	
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.5)
			B01D B01L
Recherchenamt BERLIN		Abschlußdatum der Recherche 31. August 1994	Prüfer Bertram, H
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE			
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur			
T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus andern Gründen angeführtes Dokument A : Mitglied der gleichen Patentfamilie, überreichtendes Dokument			